

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 11-217229

(43)Date of publication of application : 10.08.1999

(51)Int.Cl.

C03B 20/00

C03B 11/00

C03B 23/03

(21)Application number : 10-034116

(71)Applicant : SHINETSU QUARTZ PROD CO LTD

(22)Date of filing : 30.01.1998

(72)Inventor : SAITO MINORU

HASHIYA SHINJI

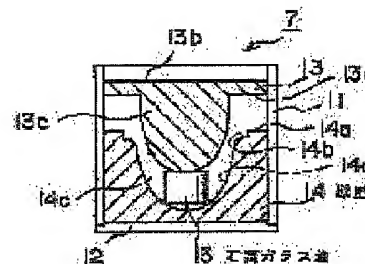
IWAMI TOSHIFUMI

(54) PRODUCTION OF QUARTZ GLASS ARTICLE

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a method for producing a quartz glass article, capable of improving the flow of the molten quartz glass to produce the quartz glass article having a large drawn depth and good precision.

SOLUTION: This method for producing a quartz glass article comprises pressing and molding quartz glass under heating at a high temperature to produce the quartz glass article. Therein, a quartz glass lump 15 having a T/S ratio of ≥ 0.05 (T is the thickness of the lump, and S is the projected area of the lump on a surface orthogonal to the pressing direction) is loaded between a male mold 13 and a female mold 14, melted under heating at a high temperature and press-molded.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

14.04.2004

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-217229

(43) 公開日 平成11年(1999) 8月10日

(51) Int.Cl.⁵

C 0 3 B 20/00
11/00
23/03

識別記号

F I

C 0 3 B 20/00
11/00
23/03

E
A

審査請求 未請求 請求項の数 7 F D (全 10 頁)

(21) 出願番号 特願平10-34116

(22) 出願日 平成10年(1998) 1月30日

(71) 出願人 000190138

信越石英株式会社

東京都新宿区西新宿 1丁目22番 2号

(72) 発明者 斎藤 実

福井県武生市北府 2丁目13番60号 信越石英株式会社武生工場内

(72) 発明者 橘谷 信治

福井県武生市北府 2丁目13番60号 信越石英株式会社武生工場内

(72) 発明者 岩見 敏文

福井県武生市北府 2丁目13番60号 信越石英株式会社武生工場内

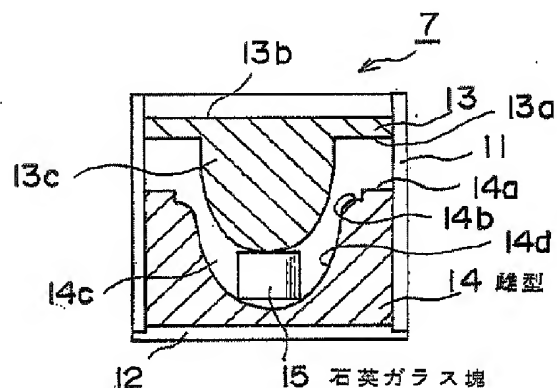
(74) 代理人 弁理士 高橋 昌久 (外 1名)

(54) 【発明の名称】 石英ガラス物品の製造方法

(57) 【要約】

【課題】 ガラスのフローを良好にし、絞り込み高さの深い、而も精度良い成型加工が可能な石英ガラス物品を製造する方法を提供する。

【解決手段】 石英ガラス体を高温加熱下で加圧成型して石英ガラス物品を製造する石英ガラス物品の製造方法であって、雄型 13 と雌型 14 との間に、加圧方向と直交する面への投影面積 S と厚さ T との比 T/S が、 $T/S = 0.05$ 以上の石英ガラス塊 15 を載置して、高温加熱下で溶融して加圧成型することを特徴とする。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 石英ガラス体を高温加熱下で加圧成型して石英ガラス物品を製造する石英ガラス物品の製造方法において、雄型と雌型との間に、加圧方向に直交する面の投影面積 S と肉厚 T とが、 $T/S=0.05$ 以上となる関係を有した石英ガラス塊を載置して、高温加熱下で熔融して加圧成型することを特徴とする石英ガラス物品の製造方法。

【請求項2】 石英ガラス体を高温加熱下で加圧成型して石英ガラス物品を製造する石英ガラス物品の製造方法において、加圧成型時に、雄型と雌型とにより形成される石英ガラス物品の一方側の開口部の外径に対応する口径 D と、他方側の閉鎖底から前記開口部前面に至る高さ H とが、 $D/H=2.6\sim 0.7$ （望ましくは、 $2.3\sim 1.0$ 、さらに望ましくは $2.0\sim 1.3$ ）となる関係を有するように型形成し、前記両型間に石英ガラス塊を載置して加熱し、石英ガラス塊の熔融状態から徐冷することを特徴とする石英ガラス物品の製造方法。

【請求項3】 石英ガラス体を高温加熱下で加圧成型して石英ガラス物品を製造する石英ガラス物品の製造方法において、雄型と雌型間に載置して加圧成型される石英ガラス塊の全表面積 M と、成型される石英ガラス物品の全表面積 N とが、 $N/M=2$ 以上となる関係を有するように型形成し、前記両型間に載置された石英ガラス塊を熔融状態から徐冷することを特徴とする石英ガラス物品の製造方法。

【請求項4】 前記雄型と雌型は周囲がグラファイト枠を有する成型空間内に、石英ガラス塊を $5\sim 100$ （望ましくは、 $10\sim 80$ 、さらに望ましくは、 $20\sim 40$ ） Kg f の範囲で押圧可能に配置されるとともに、 $1700^\circ\text{C}\sim 2000^\circ\text{C}$ （望ましくは、 $1800^\circ\text{C}\sim 2000^\circ\text{C}$ 、さらに望ましくは、 $1840^\circ\text{C}\sim 1960^\circ\text{C}$ ）の範囲で加熱されることを特徴とする請求項1～3記載の石英ガラス物品の製造方法。

【請求項5】 一旦、前記雄型及び雌型による石英ガラス塊への予圧を維持し、石英ガラス塊の軟化にしたがってさらに加圧を加えることを特徴とする請求項4記載の石英ガラス物品の製造方法。

【請求項6】 $1700^\circ\text{C}\sim 2000^\circ\text{C}$ の温度域に達した時点で、前記雄型及び雌型による石英ガラス塊へ加圧し、石英ガラス塊の変形が完了後、さらに加圧する事の特徴とする請求項5記載の石英ガラス物品の製造方法。

【請求項7】 石英ガラス塊への昇温速度は $35\sim 55^\circ\text{C}/\text{min}$ （好ましくは $40\sim 50^\circ\text{C}/\text{min}$ ）であって、前記雄型もしくは雌型による型の移動速度は $2\sim 10\text{mm}/\text{min}$ （好ましくは $3\sim 5\text{mm}/\text{min}$ ）であることを特徴とする請求項6記載の石英ガラス物品の製

造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は石英ガラス体を高温加熱下で加圧成型して石英ガラス物品を製造する石英ガラス物品の製造方法であって、特に、雄型と雌型との間に、石英ガラス塊を載置して、高温加熱下で前記石英ガラス塊を成型前とは異なった形状に加圧成型する石英ガラス物品の製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】従来、複雑な形状の石英ガラス部材を製造する場合、石英ガラス平板に石英ガラスの溶接棒をバーナーにより加熱し、熔融しながら逐次肉盛りを行った後、肉盛り部を研削加工して所定形状に成型したり、又石英ガラスのブロック材から削り出し加工により製造していた。しかしながら、溶接棒による肉盛り加工では作業時間が非常に長く、また溶接速度と加熱温度の調節がうまく行かないと泡をかんでしまうために、作業に高度の熟練性を必要とし、しかも長時間の火加工なので作業性が悪いという問題を有していた。又ブロック材の削り出し加工では材料原単位が大いということと、研削加工に長時間を要するという問題点があった。

【0003】かかる欠点を解消するために、石英ガラス板材を雄型と雌型とにより加熱成型する方法が特開平8-295522号公報により知られている。この技術は雌型に石英ガラス板を乗せ、その曲げ加工温度である $1400\sim 1600^\circ\text{C}$ まで加熱し、加熱された石英ガラス板を雄型により30分～4時間程度押圧成型してドーム形状の石英ガラス製容器を製造するものである。

【0004】そして、前記ドーム形状の開口部である口元外径を R 、絞り込み高さを P とすると、実施例からは $R1/P1=375\text{mm}/120\text{mm}=3.12$ 、 $R2/P2=390\text{mm}/140\text{mm}=2.78$ であり、開口部外径 R の略 $1/3$ の絞り込み高さ P を有した石英ガラス製容器を得ることができる。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、石英ガラスが柔らかくなり伸びるようになる軟化点温度は 1700°C 程度であるのに対して、前記従来技術によると $1400\sim 1600^\circ\text{C}$ の曲げ加工温度で石英ガラス板材を押圧成型しているため、開口部外径 R の略 $1/3$ の絞り込み高さ P を越える石英ガラス容器の成型、または、ドーム状の側面から底面にかけて単調に曲率が変化しない形状を有する石英ガラス容器の成型が非常に困難である。

【0006】そして、特に後者の単調に曲率が変化しない形状を有する石英ガラス容器の場合は、曲率の変異点から先の部分を別途用意して分割成型法により溶接製造する必要があり、製造工数が増加するとともに、精度良い加工が困難となる。

10

20

30

40

50

【0007】本発明はかかる従来の欠点に鑑み、ガラスのフローを良好にし、絞り込み高さの深い、而も精度良い成型加工が可能な石英ガラス物品を製造する方法を提供することを目的とするものである。

【0008】

【課題を解決するための手段】本発明は、石英ガラス体を高温加熱下で加圧成型して石英ガラス物品を製造する石英ガラス物品の製造方法であって、雄型と雌型との間に、石英ガラス塊を載置して、高温加熱下で溶融して加圧成型することを特徴とする。

【0009】ここにおいて、石英ガラス塊とは、例えば、図2に示すように、加圧方向と直交する面への投影面積 S と厚さ T との比 T/S が、 $T/S=0.05$ 以上のものを言う。そして、角柱（ブロック等）、円柱（ロッド等）、円筒（シリンダー等）、管（チューブ等）、角板（プレート等）、円板等の形状を問わず、加工原料としての石英ガラス塊（インゴット等）であればよい。

【0010】そして、請求項1記載の発明は、雄型と雌型との間に、前記石英ガラス塊を載置して、高温加熱下で溶融して加圧成型することを特徴とするので、酸水素火炎溶融法、電気溶融法、プラズマ溶融法、直接合成法等により製造したインゴットをあらためて再溶融もしくは切断により必要な板厚を有する板状に形成する必要はない。

【0011】また、多孔質母材をガラス化して得た石英ガラス体についても、再溶融して必要な板厚を有する板状に形成する必要はなく、該石英ガラス体は必要な容積を有する石英ガラス塊であればよく、該石英ガラス塊を高温加熱下で加圧成型すればよい。そして、前記石英ガラス塊は1個でも複数であってもよい。

【0012】また、請求項2記載の発明は、石英ガラス体を高温加熱下で加圧成型して石英ガラス物品を製造する石英ガラス物品の製造方法であって、加圧成形時に、雄型と雌型とにより形成される石英ガラス物品の一方側の開口部の外径に対応する口径 D と、他方側の閉鎖底から前記開口部前面に至る高さ H とが、 $D/H=2.6\sim 0.7$ （望ましくは、 $2.3\sim 1.0$ 、さらに望ましくは $2.0\sim 1.3$ ）となる関係を有するように型形成し、前記両型間に石英ガラス塊を載置して加熱し、石英ガラス塊の溶融状態から徐冷することとを特徴とする。

【0013】また、請求項3記載の発明は、石英ガラス体を高温加熱下で加圧成型して石英ガラス物品を製造する石英ガラス物品の製造方法であって、雄型と雌型間に載置して加圧成型される石英ガラス塊の全表面積 M と、成型される石英ガラス物品の全表面積 N とが、 $N/M=2$ 以上となる関係を有するように型形成し、前記両型間に載置された石英ガラス塊を溶融状態から徐冷することとを特徴とする。

【0014】請求項2及び3は上述したような形状に型形成し、雄型と雌型間に載置した石英ガラス塊を溶融し

ているので、深い底を有する複雑な形の石英ガラス容器を容易に形成することができる。

【0015】また、請求項4に記載するように、前記雄型と雌型は周囲がグラファイト枠を有する成型空間内に、石英ガラス塊を $5\sim 100$ （望ましくは、 $10\sim 80$ 、さらに望ましくは、 $20\sim 40$ ） Kg f の範囲で押圧可能に配置されるとともに、 $1700^\circ\text{C}\sim 2000^\circ\text{C}$ （望ましくは、 $1800^\circ\text{C}\sim 2000^\circ\text{C}$ 、さらに望ましくは、 $1840^\circ\text{C}\sim 1960^\circ\text{C}$ ）の範囲で加熱されるように設定することも本発明の有効な手段である。

【0016】このように石英ガラス塊を $1700^\circ\text{C}\sim 2000^\circ\text{C}$ にて加熱しているため、溶融し粘性が低くなり、流動性が上がり、該溶融した石英ガラスを $5\sim 100\text{Kg f}$ の範囲で押圧可能に配置されているので、型の隅まで石英ガラスの流体が流動することができ、複雑な形状の石英ガラス容器を精度良く製造することができる。

【0017】また、請求項5に記載するように、一旦、前記雄型及び雌型による石英ガラス塊への予圧を維持し、石英ガラス塊の軟化にしたがってさらに加圧を加えるように構成することも本発明の有効な手段である。

【0018】前記予圧は、雄型の自重のみでもよい。石英ガラス塊は雌型の底部中央部分に載置し、その位置から雌型と雄型との間隙に沿って 360° 方向に溶融ガラス流体がフローするのが望ましく、最初は予圧でその位置を保持し、前記石英ガラス塊の加熱軟化の程度に従って徐々に加圧することにより、石英ガラス流体が中央部分から周辺部に向かって流れるために、精度よく、しかも気泡の巻き込み無しに成型加工を行うことが出来、好ましい。

【0019】また、請求項6に記載するように、 $1700^\circ\text{C}\sim 2000^\circ\text{C}$ の温度域に達した時点で、前記雄型及び雌型による石英ガラス塊へ加圧し、石英ガラス塊の変形が完了後、さらに加圧するように構成することも本発明の有効な手段である。

【0020】石英ガラス塊が溶融する温度に達すると、雄型と溶融する石英ガラス塊の流体との接触面積が広がるように変化するので、それに追従するように加圧し、雄型が加圧しても位置変位しなくなったら、さらに加圧して保持することにより、石英ガラス流体は両型の隅まで流入し、さらに精度よく成型加工を行うことができる。

【0021】また、請求項7に記載するように、石英ガラス塊への昇温速度は $35\sim 55^\circ\text{C}/\text{min}$ （好ましくは $40\sim 50^\circ\text{C}/\text{min}$ ）であって、前記雄型もしくは雌型による型の移動速度は $2\sim 10\text{mm}/\text{min}$ （好ましくは $3\sim 5\text{mm}/\text{min}$ ）に設定することも本発明の有効な手段である。

【0022】前記昇温速度と型の移動速度とを、上述のように設定することにより、型の形状が複雑形状でも精

度よく又座屈が生じることなく、また、又成型時間が無用に遅延化することなく成型を可能とすることができる。

【0023】

【発明の実施の形態】以下、本発明を図に示した実施の形態を用いて詳細に説明する。但し、この実施の形態に記載される構成部品の寸法、材質、形状、その相対配置などは特に特定の記載が無い限り、この発明の範囲をそのみに限定する趣旨ではなく単なる説明例に過ぎない。

【0024】先ず、本実施の形態に用いる成型枠を説明する。図1は、成型枠の形状を示す一実施形態図で、図3に示されているドーム状部16bの開口部に鏑部16aを有した石英ガラス容器16を加圧成型する成型枠7の構造を開示している。即ち本成型枠は、緻密性のグラファイトで作られたグラファイト枠11及び底板12で構成される成型空間を形成する方形状グラファイト枠内に、石英ガラス塊15を挟んでポーラスカーボンで形成された雄型13と雌型14とを配置し、前記雄型13と雌型14間が縮幅可能に、方形グラファイト枠11の内

形寸法より、前記雄型13及び雌型14の外形寸法を僅かに小に設定している。

【0025】又前記雌型14の凹部14cと対応する雄型13の凸部13cとは同じ曲率を有した曲面で形成され、雄型13の鏑部の下面13aと雌型14の上面14aとが当接した際には雄型13の鏑部の下面13aと雌型14の段部14bとの間、及び雄型13の凸部13cの曲面13dと雌型14の凹部14cの曲面14dとの間には所定の空隙が形成されるように形成されている。そして前記雄型13と雌型14はプレス荷重時の圧縮応力に耐えられるような肉厚に、又グラファイト枠11は熱吸収の良ように薄肉方形状で形成されている。尚、雌型14を下に雄型13を上配置しているが、雌型14を上雄型13を下に配置してもよいことは勿論のことである。

【0026】このように、周囲をグラファイト枠が囲繞する雄型と雌型の間に石英ガラス塊を挟んで石英ガラス物品を成型する方法では、図1に示すように、雄型と雌型は加圧成型時石英ガラス体に常に接触するので、石英ガラスとの反応によりCOやCO₂、SiC蒸気が発生する。1900℃まで昇温すると、石英ガラスの粘度が大幅に低下し、成型された石英ガラス物品の表面に凹凸が生じてしまう。したがって、ガスの逃げ道を考慮する必要がある。そこで本実施の形態は焼結グラファイトのようにグラファイト材自体が通気性を有する多孔質グラファイトを用いて雄型、雌型を形成する。即ち、この場合好ましくはガス透過率が0.1cm²/sec(P:1.5Kgf/cm²の値)以上、更に好ましくは0.9cm²/sec前後の微小ガス透過孔群を具えた両型及び底板12を用いている。

【0027】そして多孔質グラファイト材としてのかさ密度は1.5g/cm³以下のグラファイト材を用いれば良いが、余りにかさ密度が低いと、加圧成型時に破損や変形が生じてしまう。そこで好ましくは1.2±0.2g/cm³に設定するのがよい。又加圧成型時に破損や変形が生じることなく精度良く成型するには、圧縮強さが100Kgf/cm²以上、好ましくは150~600Kgf/cm²、ショア硬さを10以上好ましくは15±2前後、曲げ強さは30kgf/cm²以上、好ましくは69Kgf/cm²前後、固有抵抗40μΩ・cmに設定することが必要である。

【0028】一方前記両型は、加圧成型時石英ガラス塊に常に接触している為に、接触による前記グラファイトの側に不純物が存在すると、これに比例して石英ガラス体の表面に半導体毒やクリストバライト層が形成され、やはり失透やクラックの発生の原因となる。そこでNa、K、Li、Ca、Mg、Fe等の半導体毒やクリストバライト層の原因となる金属元素を各々0.1~0.2ppm以下に設定するのがよい。

【0029】図2は、本実施の形態に用いられる石英ガラス塊を示すもので、該ガラス塊は板材ではなく、厚さTに対して投影面積Sとの関係が、T/S=0.05以上のものであり、図2(a)に示す塊5Aは、厚さT1に対して投影面積S1を有した表面が平面もしくは凹凸を有し、または波目状に形成されたブロックであり、図2(b)は、厚さT2に対して投影面積S2を有した球状もしくは半球状、または膨らみを有した塊に形成されたブロックである。尚、該塊は前記T/S=0.05を満足するものであれば、円柱、角柱、その他適宜形状を有するものでよい。

【0030】そして前記グラファイトの純度は、Na、K、Li、Mg、Ca、Cu、Alが各々0.1ppm以下、Feは0.15ppm以下に設定し、少なくとも成型加工されるべき石英ガラスの純度より高純度にて製造される。又前記雄型3及び雌型4のグラファイト材は焼結等により形成されるが、この場合グラファイトの平均粒径を30~100μm、好ましくは40~100μmに設定するのがよい。

【0031】一方グラファイト枠11及び底板12を構成する緻密性グラファイトは、かさ密度は1.77~1.90g/cm³、圧縮強さは700~1050Kgf/cm²、ショア硬さは50~90前後、曲げ強さは370~900kg/cm²、固有抵抗は0.9~1.8μΩ・cmに設定する。

【0032】前記したように精度良い成型を行うためには、1700~2000℃の高温加熱を行う必要がある。しかしながら高温加熱を行った場合前記したようにグラファイトと石英ガラスとの反応によりCOやCO₂、更にはSiO₂の蒸発ガスが発生し、石英ガラスの気泡の発生、又クラックや失透が生じる。かかる対策を

成型枠と成型加圧装置の両者から行っている。

【0033】次に成型加工の面より検討する。本加工は前記したように加熱温度を1700～2000℃、好ましくは1840～1980℃に設定する事により、粘性が低くなり成型の容易化が図れる。この場合酸素炎で製造した天然石英ガラスの場合は、加熱温度を1840～1900℃、電気溶融法で製造した天然石英ガラスの場合は、加熱温度を1900～1960℃に設定する。

【0034】そしてこの場合無加圧で成型しても良いが、無加圧で行うと押し型の自重により加圧力が変化し、好ましくない。一方加圧力を大に設定すると前記成型枠を用いても、成型枠と溶融石英ガラスとの接触が強くなり過ぎ、反応ガスの生成を抑制できない。そこで本実施の形態は、前記高温加熱域における成型枠と溶融石英ガラスとの接触時間と接触面積を極力少なくする様に設定している。又、連続成型の容易化を図り得る装置の工夫も必要である。

【0035】そこで本実施の形態は、前記雄型を上面側で固定支持する支持体と、一方該支持体と対面する下方位置に配置され、前記成型用型枠を載置するワークテーブルと、該ワークテーブルを炉外下方位置の炉予備室より炉内に昇降させる昇降手段と、前記ワークテーブル下側に連設された流体圧付手段とから成型装置が構成されている。

【0036】次に前記成型枠を用いた成型装置の基本構成について説明する。前記成形枠は後述する成形装置内に配置され、該成形装置は抵抗加熱式もしくは誘導加熱式電気炉を有し、グラファイトの酸化防止のために、炉内は不活性ガス雰囲気内で加圧成形処理が行われるように構成されている。また、ワーク挿入用の炉予備室が備えられ、該予備室を介して、石英ガラス塊が炉内に搬送可能に構成されている。また、プレス制御は、炉内温度、インゴットの厚み方向の収縮量である変位置等を測定してプレス荷重、プレス時間等を制御することにより行う。

【0037】以下、これを具体的に説明する。図5は本実施形態の石英ガラス物品成型装置の基本構成図が開示されており、同図において、下方が開放されており、断面門型状のグラファイト製の筐体1内には、筐体1周囲に配した電磁誘導加熱コイル2Aの電磁誘導作用によって加熱するグラファイトヒータ2が設けられ、このヒータ2は図6に示す温度計及びその他の制御装置によって誘導加熱コイル2Aを電力制御され、設定温度に室温が制御されるように構成されている。上端にワークテーブル3aが設けられている可動プレス棒3はグラファイトで形成され、下端部を油圧シリンダ5のピストン部5aに連結して、ロードセル3cを介して該ピストン部5aの駆動により上下動可能に構成されている。

【0038】そしてワークテーブル3aには、前記成型枠7が載置され、該成型枠7は油圧シリンダ5の駆動に

より上方に押圧されるが、成型枠7の上側に位置する雄型13の上面13bを固定プレス棒19が当接することにより、成型枠7は上方向から押圧されることになる。尚、固定プレス棒19はグラファイトで形成され、筐体1に一体的に固定されている。

【0039】油圧シリンダ5のピストン部5aと可動プレス棒3間に配設されたロードセル3cは前記押圧中の圧力を測定することができるよう構成されている。又油圧シリンダ5の側面には、スケール4が垂直に立設され、プレス棒3の側面より水平に延在する指針3bにより可動プレス棒3の上昇距離を確認できるように構成されている。この結果可動プレス棒3の成型枠7への押圧変位置はスケール4上の指針3bを観察することによって視認でき、その指針3bの上昇位置を確認して成型完了を目視可能に構成されている。

【0040】尚、この成型完了検知は指針3bの移動量を抵抗変化またはコンデンサ等の電気信号に変換して、ランプまたはブザーにて合図することも可能である。そして前記筐体1の下方入口部はシャッタ6により閉塞可能に構成されており、そして該シャッタ6は耐熱性を有するカーボンフェルトにより構成され、不図示のエアシリンダ等により筐体1の下面に沿って開閉可能に構成されている。また、可動プレス棒3、油圧シリンダ5及びスケール4はボールネジその他の後記に詳説する昇降手段35により筐体1内を侵入拔出可能に一体で上下動可能に構成されており、これによりシャッタ6の開放後、昇降手段35を介してこれらを降下させワークテーブル3aを筐体1外に拔出させる事により、成型枠7を交換を可能としている。

【0041】次に、前記基本構成に基づく本実施の形態に係る石英ガラス塊の加熱成型装置を図6に基づいて説明する。尚、同図において図5との同一符号は同一部材を表す。30は門型状の機枠34に設置されたステンレス製の成型炉本体で、外周側に水冷ジャケット（不図示）が包設されており、一方炉本体30内壁側には不透明石英筒39を介して誘導加熱コイル2Aが巻繞配設されており、該加熱コイル2Aの内周側に、上面と側壁周囲をグラファイト製断熱材37で囲繞され、下方が開口された炉内空間42が形成されている。

【0042】そして前記側壁断熱材37の内周側にはグラファイトヒータ2が配設されており、前記誘導加熱コイル2Aとの間の高周波電磁誘導により誘導加熱される。そしてこのヒータ2は炉外の温度計33等によって誘導加熱コイル2Aを電力制御され、設定温度に室温が制御されるように構成されている事は前記した通りである。そして前記上面側の断熱材37の軸線上にはグラファイト製の固定プレス棒19が炉内空間42側に向け貫通垂下されており、又該プレス棒19の上部は断熱材37上方に突設している。そして該プレス棒19は機枠34により固定されワークテーブル3aの上昇により雄型

10

20

30

40

50

13を介して油圧を受圧しても固定プレス棒19が常に所定位置に位置保持可能に構成する。

【0043】一方、炉内空間42を介して前記固定プレス棒19と対面するワークテーブル3a下側には前記したグラファイト製の可動プレス棒3、油圧シリンダ5のピストン部に相当する水冷ロッド5a及びロードセル3cを介して油圧シリンダ5が垂直に連設されており、これらは保持棒36を介してボールネジ35cのナット部35aに連設されている。

【0044】ボールネジ35cは前記油圧シリンダ5の進退方向と平行に、機枠34の垂直脚34aに沿って垂設されており、モータ35bにより該ボールネジ35cを回転させることにより、螺合してナット部35a及び保持棒36を介して油圧シリンダ5を垂直に昇降させる。

【0045】又機枠34の直脚34aの側面にはスケール4が垂直に取り付けられ、該スケール4に沿って前記保持棒36をL字状に立上げ、該立上げ部36aに前記スケール4に嵌合する指針3bを設ける。

【0046】シャッタ6はグラファイト板（単層グラファイト）からなる上部シャッタ6Aと、石英ガラス板とグラファイト板を積層（積層グラファイト）して形成した下部シャッタ6Bからなり、これらは一体的にエアシリンダ32により水平方向に沿って進退可能に構成している。即ち、上部シャッタ6Aは炉本体30を開塞可能に断熱材37の下面に沿って水平方向に移動し、一方下部シャッタ6Bは炉内空間50を開塞可能に枠体51の下面に沿って水平方向に移動可能に構成されている。そして前記シャッタ6A、6Bはいずれも可動プレス棒3の軸周囲に嵌合され、シャッタ閉塞後においても可動プレス棒3が昇降可能に構成する。尚、ワークテーブル3aは下降停止位置で、石英ガラス塊15を出し入れ可能な開閉扉（不図示）を備え、該開閉扉閉鎖時には外部と気密に設けられ図示しない真空ポンプ及び不活性ガス導入口と接続した炉予備室（不図示）に位置するように構成されている。

【0047】次に、上記装置に基づく成型動作を説明する。図6において、エアシリンダ32の駆動により上部シャッタ6Aと下部シャッタ6Bを開成し、モータ35bによるボールネジ35cの回転操作により可動プレス棒3、油圧シリンダ5及び保持棒36を一体で降下させて、ワークテーブル3aを炉外の炉予備室内まで降下させた後、前記上部及び下部シャッタを閉鎖して、成形炉30を予め1500℃に加熱する。

【0048】次に、図1に示すように石英ガラス塊15が載置された成型枠7をワークテーブル3a上に載置し、開閉扉を閉鎖後、予備室内を真空ポンプにて真空にし、不活性ガスを大気圧まで充填させる。そして、前記シャッタを開成し、前記ボールネジ35cの逆転操作により前記ワークテーブル3aを炉内空間50を経て炉本

体30内へ向かって、雄型13の上面13bが固定プレス棒19にほぼ接触する付近まで上昇させ、前記シャッタを閉鎖する。

【0049】この状態で、成型温度1940℃まで加熱する。このときの石英ガラス塊への昇温速度は35～55℃/min（好ましくは40～50℃/min）で加熱する。このときは石英ガラス塊へは雄型の凸部13cの先端が当接して自重がかかっているため、温度が上昇して石英ガラス塊が溶融するにつれて雄型13の自重により押されて雄型13は降下するが、1800℃を越えると油圧シリンダ5により成型荷重20kgfの圧力をかける。

【0050】この荷重から徐々に上げていくが、この雄型による型の移動速度は2～10mm/min（好ましくは3～5mm/min）に設定することが望ましい。上記のように型による加圧を行うことにより、泡の巻き込みを生じることがなく、型の形状が複雑形状でも精度よく又座屈が生じることなく、また、又成型時間が無用に遅延化することなく成型を可能とすることができる。

【0051】そして、1650℃前後から加熱変形が始まり、油圧シリンダ5の上昇速度は指針3b/スケール4にて計測を行いながら2～10mm/min、好ましくは3～5mm/minの定速度で上昇を行う。尚、指針3b/スケール4は図5に示すように油圧シリンダ5側に取り付けても良い。

【0052】そして、前記指針3b/スケール4にて前記雌型13の上死点（最大上昇位置）まで上昇し、雄型の鋳部下面13aと雌型の上面14aとが当接してガラス流体の変位量が変わらなくなったら、最後に80kgfの荷重を掛け約10分保持して、細部までガラス流体を流動させて終了する。総プレス時間は約120分である。尚、最大上昇位置までの上昇量（移動ストローク量）は前もって計算により求めておく。そして成型加工状態においては、石英ガラス塊15とグラファイト製成型枠である雄型13、雌型14が反応して生成されるCO、CO₂、SiC₂、SiC等のガスは雄型13の通気部炉本体30内に逃げる。この際雌14の通気部よりも逃げさせるために、前記底板12に多数の貫通孔穿孔しても良く、又底板12を設けずに雌型14を底板12として兼用しても良いことは勿論のことである。

【0053】その後、1100℃で30分保持したのちに、徐冷し、バリ取りや所定の切削加工を行った後、アニール処理工程を行う事により図3（b）及び（d）に示す成型品が完成する。

【0054】一方炉予備室に移動した後のワークテーブル3a上には次の成型枠7を載置し、前記と同様な手順で成型を行う。

【0055】以上詳述したように本実施の形態は、加圧成型時石英ガラス塊15に常に接触する雄型13と雌型14はグラファイト材自体が通気性を有する材料を用い

10

20

30

40

50

て形成されているために、石英ガラスとグラファイトが反応して生成されるCO、CO₂、SiC等のガスを容易に成型空間外に逃すことが出来る。又CO、CO₂、SiC等のガスを容易に成型空間外に逃すことが出来る事はガラス表面に炭化珪素が生成されるのを防止し、さらには熱膨張の違いにより冷却後にクラックが発生し、歩留を悪化させるという欠点の解消と共に、炭化珪素の固着に起因する型とガラスの滑りが悪化し、ガラスが型の細部にまで入り込まなくなる欠点を解消出来る。

【0056】即ち、本実施の形態によれば、前記昇降手段の上昇により支持体に雄型が当接した後、流体圧付勢手段により雄型を介して石英ガラス塊に加圧力を付勢しながら高温加熱下で加圧成型を行うことにより、精度よい成型加工を行うことが出来る。この場合前記流体圧付勢手段は非圧縮性の油圧シリンダを用いるのが良く、特に圧力検知手段を介して油圧シリンダを構成する事により、前記加圧力を精度良く維持できる。

【0057】又前記流体圧付勢手段により雄型を介して石英ガラス塊に印加する加圧力は前記石英ガラス塊が変形を始める以前は雄型の自重により、また、溶融温度近辺においては所定圧力により予圧を与えることにより、加熱軟化の程度に従って徐々に成型されるために、精度よく、しかも気泡の巻き込み無しに成型加工を行うことが出来、好ましい。

【0058】又本実施の形態は、上側の雄型が支持体と当接し、下側に配置したワークテーブルが上昇することにより石英ガラス塊を加圧する構造を取っており、雌型が直接、軟化した石英ガラス塊を雌型の外周部分に押し出すように構成しているために、精度良い成型が可能となる。又成型枠上面側の雄型は支持体に当接しているために、炉内の上面側を開放することなく、ワークテーブルが昇降する炉内下側のみを開放すれば良い。この結果、従来炉内上方を開放する構成では炉内開放の都度、炉内温度が常温近くまで低下し、次の成型工程における温度上昇時間が極めて大になるが、炉内下側開放では高温雰囲気や炉内に残置させることが可能である為に、連続成型を行う装置として極めて有利である。

【0059】この場合連続成型を容易にするために、前記発熱体が囲繞された炉内空間の下方を開口し、該開口に2つのシャッタを設けると共に、該2つのシャッタの内、前記炉内空間に対面する上部シャッタについては断熱性の良い単層グラファイト材により、下側に位置する下部シャッタを例えば石英ガラス板と交互に積層する積層グラファイト材で形成する事により、前者で耐熱性と断熱性を、後方でシール性と強度性を維持する事が出来る。

【0060】又前記ガラス体は誘導加熱手段により加熱を行うことにより前記加熱域への速やかな昇温を可能とし、そして成型時間、言い換えば成型枠と溶融石英ガラスとの接触時間を極力少なくしている。又余りに昇温

速度が早過ぎるとガラス体の周域部と中心部での温度差が大きくなり、精度良い成型が出来ない。そこで本実施の形態では加熱軟化後の前記ガラス体の昇温速度を35～55℃/min、好ましくは40～50℃/minに設定するのが良い。

【0061】尚前記昇降手段の移動速度は、前記雌型の形状が複雑形状でも精度よく又座屈が生じることなく成型を可能とするために、又成型時間が無用に遅延化することがない為に、前記昇降手段の移動速度を、緩速度で2～10mm/min、好ましくは3～5mm/minに設定するのが良い。この場合、前記流体圧付勢手段の移動量を検知する検知手段を設け、前記炉内温度が1700～2000℃前後の温度域に達し、且つ前記検知手段により石英ガラス塊の変形完了位置を検知した後、該成型完了位置を所定時間、具体的には3～15分、好ましくは5～10分保持して、石英ガラス塊の変形が完了するのを待つのがよく、そして該成型完了後直ちに流体圧付勢手段を介して前記雌型を復帰方向に下降させて圧解除を行う事により成型枠と溶融石英ガラスとの反応阻止と成型時のみ出しを防止できる。尚、前記変形完了位置を精度良く保持し、且つ精度良い昇降制御を可能にする為に、前記流体圧付勢手段に、油圧シリンダを用いている。また、本実施の形態においては、下部から加圧成型しているが、上部から加圧成型してもよいことは勿論のことである。

【0062】

【実施例】(1) 上述の成型方法を用いて、下記の条件にて、図4(a)に示すような石英ガラス容器Aを製造した。

石英ガラス塊：φ240×70mm(全表面積(M)：1432cm²)

雌型口径(D)：φ320mm

雌型凹部深さ(H)：200mm

比率(D/H)：370/200=1.85

最高成型温度：1940℃

成型荷重：20～80kgf

成型時間：120min

成型品サイズ：D=φ370mm、H=200mm、G=25mm、T=5mm、E=135mm、V=60mm

成型品全表面積(N)：3870cm²

面積比(N/M)：3870/1432=2.70

【0063】(2) 上述の成型方法を用いて、下記の条件にて、図4(b)に示すような石英ガラス容器Bを製造した。

石英ガラス塊：φ140×47mm(全表面積(M)：514cm²)

雌型口径(D)：φ240mm

雌型凹部深さ(H)：130mm

比率(D/H)：240/130=1.85

10

20

30

40

50

最高成型温度：1920℃
 成型荷重：20～80kgf
 成型時間：90min
 成型品サイズ：D=φ240mm、H=130mm、G=10mm、T=10mm、E=20mm、V=100mm
 成型品全表面積(N)：1426cm²
 面積比(N/M)：1426/514=2.77

【0064】上記データから、投影面積Sと厚さTとの比T/Sが、T/S=0.05以上の石英ガラス塊を雄型と雌型との間に載置して、高温加熱下で溶融して加圧形成することにより、雌型の開口部の外径に対応する口径Dと、凹部の深さHとが、D/H=1.85（すなわち、2.0～1.3）となる関係を有するように型形成し、良好な石英ガラス容器を製造することができることがわかる。

【0065】また、雄型と雌型間に載置して加圧成型される石英ガラス塊の全表面積Mと、成形される石英ガラス物品の全表面積Nとが、N/M=2.77（すなわち、2.0）以上となる関係を有するように型形成し、良好な石英ガラス容器を製造することができる。

【0066】

【発明の効果】以上説明したように、請求項1記載の発明は、雄型と雌型との間に、投影面積Sと厚さTとの比T/Sが、T/S=0.05以上の石英ガラス塊（インゴット、ブロック等）を載置して、高温加熱下で溶融して加圧成型しているの、石英ガラス塊をあらかじめ再溶融もしくは切断により必要な板厚を有する板状に形成する必要はなく、該石英ガラス塊は必要な容積を有する塊であればよく、該石英ガラス塊を高温加熱下で加圧成型すればよいので、製造工程を削減することができる。

【0067】また、請求項2記載の発明は、加圧成型時に、雄型と雌型とにより形成される石英ガラス物品の一方側の開口部の外径に対応する口径Dと、他方側の閉鎖底から前記開口部前面に至る高さHとが、D/H=1.85（すなわち、2.0～1.3）となる関係を有するように型形成し、また、請求項3記載の発明は、雄型と雌型間に載置して加圧成型される石英ガラス塊の全表面積Mと、成型される石英ガラス物品の全表面積Nとが、N/M=2.77（すなわち2）以上となる関係を有するように型形成し、それぞれ前記両型間に載置された石英ガラス塊を溶融状態から徐冷しているの、深い底を有する複雑な形の石英ガラス容器を容易に形成することができる。

【0068】また、請求項4に記載する発明は、前記雄型と雌型は周囲がグラファイト枠を有する成型空間内に、石英ガラス塊を5～100（望ましくは、10～80、さらに望ましくは、20～40）kgfの範囲で押圧可能に配置されるとともに、1700℃～2000℃（望ましくは、1800℃～2000℃、さらに望まし

くは、1840℃～1960℃）の範囲で加熱されるように設定しているので、溶融した石英ガラスを5～100kgfの範囲で押圧して、型の隅まで石英ガラスの流体が流動することができるので、複雑な形状の石英ガラス容器を精度良く製造することができる。

【0069】また、請求項5に記載する発明は、一旦、前記雄型及び雌型による石英ガラス塊への予圧を維持し、石英ガラス塊の軟化にしたがってさらに加圧を加えるように構成しているので、前記予圧によって、石英ガラス塊を雌型の底部中央部分の最適位置に載置することができ、最初は予圧でその位置を保持し、前記石英ガラス塊の加熱軟化の程度に従って徐々に加圧することにより、石英ガラス流体が中央部分から周辺部に向かって流れるために、精度よく、しかも気泡の巻き込み無しに成型加工を行うことが出来、好ましい。

【0070】また、請求項6に記載する発明は、1700℃～2000℃の温度域に達した時点で、前記雄型及び雌型による石英ガラス塊へ加圧し、石英ガラス塊の変形が完了後、さらに加圧するように構成しているので、石英ガラス塊が溶融する温度に達すると、雄型と溶融する石英ガラス塊の流体との接触面積が広がるように変化するので、それに追従するように加圧し、雄型が加圧しても位置変位しなくなったら、さらに加圧して保持することにより、石英ガラス流体は両型の隅まで流入し、さらに精度よく成型加工を行うことができる。

【0071】また、請求項7に記載する発明は、石英ガラス塊への昇温速度は35～55℃/min（好ましくは40～50℃/min）であって、前記雄型もしくは雌型による型の移動速度は2～10mm/min（好ましくは3～5mm/min）に設定しているので、型の形状が複雑形状でも精度よく又座屈が生じることなく、また、又成型時間が無用に遅延化することなく成型を可能とすることができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の実施の形態に係る石英ガラス塊の加熱成形枠の概要図である。

【図2】石英ガラス塊の概念を説明する説明図である。

【図3】石英ガラス容器の成型状態を説明する説明図である。

【図4】成型された石英ガラス容器の形状を説明する説明図である。

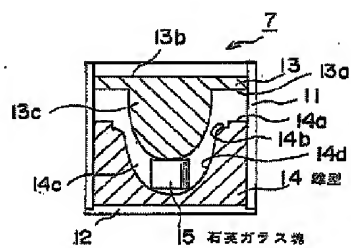
【図5】本発明の実施の形態に係る石英ガラス塊の加熱成型装置の概要図である。

【図6】図5の基本構成に基づく本発明の実施の形態に係る石英ガラス塊の加熱成型装置の詳細図である。

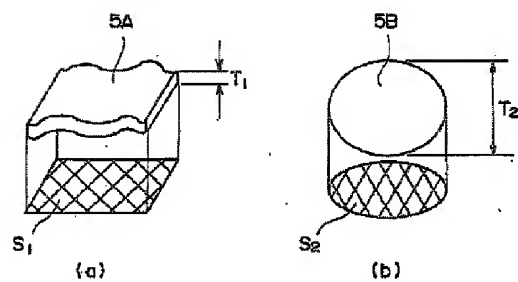
【符号の説明】

13 雄型
 14 雌型
 15 石英ガラス塊

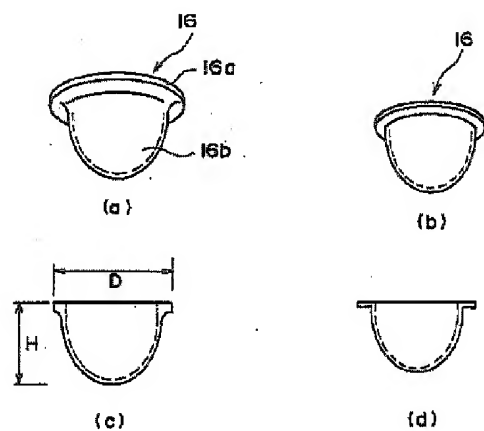
【図1】



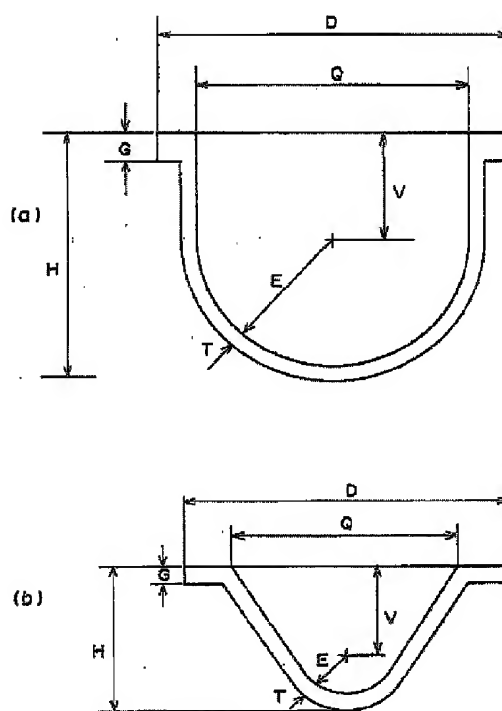
【図2】



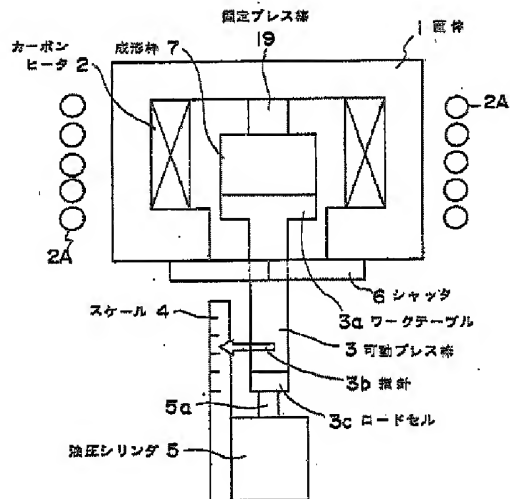
【図3】



【図4】



【図5】



【図6】

